

Laboratoriums- und Betriebs-Journal

Eigentum der HOECHST AKTIENGESELLSCHAFT · 65926 Frankfurt am Main

52

178

10g Rohsubstanz

in

25 ml Isopropanol bei ca. 60°C Badtemperatur 1h gerührt. Auf RT abgekühlt, abgesaugt und mit je 10 ml PA gewaschen. Roh: 4,5g
Über Nacht bei ca. 60°C: Vak. getrocknet. Auswaage: 4,4g HPLC: 96,3%

Rohsubstanz mit 25 ml Aceton bei ca. 60°C Badtemperatur 1h gerührt.
Auf RT abgekühlt, abgesaugt und mit 10 ml Aceton gewaschen.
Auswaage: 4,1g \approx 41% (10,1 mmol) HPLC: 97,2%

St. 9 (Hydrochlorid) umgesetzt

③ 4,1g St. 9 in 26 ml abs. EtOH suspendiert und bei RT mit
1,5 ml conc. HCl versetzt

⇒ Es entsteht weißlich-gelbe Lösung, dann Niederschlag.
Nach 1h bei RT abgesaugt und mit 10 ml EtOH gewaschen.
Auswaage: 4,1g HPLC: 98,7%

4,1 ml EtOH zugesetzt und zum VL schüttelt, noch 3x je 4,5 ml EtOH zugesetzt.
⇒ Nur noch leichte Trübung. Heiß filtriert und über Nacht auskristallisieren lassen,
abgesaugt und mit 10 ml EtOH gewaschen. Über Vakuum bei 80°C getrocknet.
Auswaage: 3,0g \approx 67% (10,1 mmol) HPLC: 98,4% NMR: 468,900 (20.01.2003)

M. Schürmann

K. Kessler
Dr. Kessler